

JC20 Rec'd PCT/PTO 09 JUN 2005

Verfahren zur Herstellung eines Pigmentgranulats sowie Pigmentgranulat
und dessen Verwendung

Technisches Gebiet

5 Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Pigmentgranulaten sowie Pigmentgranulate und deren Verwendung nach den Oberbegriffen der Ansprüche 1, 7 oder 17.

10 Pigmente im Sinne dieser Erfindung sind Feststoffteilchen, die im wässrigen Anwendungsmedium praktisch unlöslich sind. Es gibt unterschiedliche Pigmente, die in wässrigen Systemen zur Anwendung kommen, wie zum Beispiel Titandioxid, Eisenoxid, Zement, Gips, etc. (Inhaltsstoffe). Es muss sich also bei diesen „Pigmenten“ nicht notwendig um Farbstoffe handeln.

15 Derartige Pigmente neigen zur Staubbildung; die Dosierung gestaltet sich aufgrund der schlechten Fließ- oder Rieseigenschaften und der Neigung zur Brückenbildung in der Dosieranlage äußerst schwierig.

BESTÄTIGUNGSKOPIE

Stand der Technik

5 Eisenoxidgranulate, die mit Hilfe von wasserlöslichen Bindemitteln hergestellt sind, sind bereits Stand der Technik. Das Bindemittel löst sich im wässrigen Medium auf und gibt das Eisenoxid frei, so dass es in dem wässrigen Medium dispergiert. Die Herstellung solcher Granulate ist kostenintensiv und erfolgt im feuchten Medium. Sie lassen sich gut dosieren und neigen auch nicht zur Staubbildung.

10 Problemstellung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Pigmentgranulat wirtschaftlich so herzustellen, dass es besonders wirksam ist, d. h. dass das Pigmentgranulat nach dem Einbringen in die Flüssigkeit rasch redispergiert und die Teilchen der Inhaltsstoffe zügig
15 freigesetzt werden.

Diese Aufgabe wird durch die in den Ansprüchen 1, 7 und 17 wiedergegebene Erfindung gelöst. Vorteilhafte Weiterbildungen der Erfindung ergeben sich aus den Unteran-
20 sprüchen.

Die Ansprüche 1 und 7 stellen alternative Ausführungen der Erfindung dar: Anspruch 1 ist auf eine trockene oder im Wesentlichen trockene Arbeitsweise bei der Herstellung des Pigmentgranulats gerichtet, bei Anspruch 17 werden die Teilchen in eine Flüssig-
25 keit eingemischt und bilden mit dieser eine Suspension, die sprüh- oder wirbelschichtgetrocknet werden kann.

An Pigmentgranulate werden zwei sich widersprechende Anforderungen gestellt: mechanische Stabilität und eine schnelle, vollständige Redispergierung der Teilchen der Inhaltsstoffe.

30

Durch die Verwendung von cellulosehaltigem Material als Dispergiermittel können beide Anforderungen erfüllt werden. Cellulosehaltiges Material erweist sich dabei als ein sehr gutes Trockenbindemittel und sorgt für die entsprechende Stabilität. Bei der Herstellung der Granulate entfällt dadurch ein energieintensiver Trocknungsschritt. Gleichwohl können sowohl die Teilchen der Inhaltsstoffe als auch die Teilchen des Dispergiermittels als auch die der Granulierung zugeführte Materialmischung eine gewisse Eigenfeuchte von bis zu 25 bis 30 Gewichtsprozent bezogen auf die Trockenmasse aufweisen.

Als alternatives Granulierverfahren zum Herstellen eines zur alsbaldigen Auflösung in Wasser oder in mindestens einer anderen dissoziierenden Flüssigkeit oder in solche enthaltenden Flüssigkeitsgemischen unter Freigabe seiner Inhaltsstoffe bestimmten Pigmentgranulates, bei dem die in Teilchenform vorliegenden Inhaltsstoffe und Dispergiermittelteilchen, letztere in Gestalt mindestens eines cellulosehaltigen Materials, zunächst im Wesentlichen homogen gemischt werden und dann als Suspension vorliegen, wird das Sprüh- oder Wirbelschichtverfahren vorgeschlagen, bei dem Suspensionstropfen einstellbarer Größe ein beheiztes gasförmiges Medium durchwandern und die im Suspensionstropfen enthaltene Mischung aus Inhaltsstoffen und cellulosehaltigem Material zu einem Granulat Korn aggregieren. Es hat sich herausgestellt, dass das cellulosehaltige Material hierbei außerordentlich energiesparend wirkt, wobei die Porosität des cellulosehaltigen Materials hierzu den entscheidenden Beitrag leistet. Das Redispergieren so hergestellter Granulate ist außerordentlich erfolgreich; dies ebenfalls bei guter Förder-, Dosier- und Lagerfähigkeit sowie Staubarmut des Pigmentgranulates.

Wenn das gut fließfähige und staubarme Granulat in Kontakt mit einer wässrigen Flüssigkeit kommt, wird durch das Quellverhalten des cellulosehaltigen Materials das Granulat zerstört, und werden die Teilchen der Inhaltsstoffe im Anwendungsmedium homogen verteilt.

Patentansprüche:

1. Verfahren zum Herstellen eines zur alsbaldigen Auflösung in Wasser oder in
mindestens einer anderen dissoziierenden Flüssigkeit oder in solche enthalten-
den Flüssigkeitsgemischen unter Freigabe seiner Inhaltsstoffe unter der Wirkung
mindestens eines Dispergiermittels bestimmten Pigmentgranulates,
dadurch gekennzeichnet,
dass die Inhaltsstoffe und das Dispergiermittel in Teilchenform vorliegen, dass
das Dispergiermittel in Gestalt mindestens eines cellulosehaltigen Materials vor-
liegt, und dass die Teilchen der Inhaltsstoffe und des Dispergiermittels trocken
oder feucht im Wesentlichen homogen gemischt und nachfolgend trocken oder
feucht zu Pigmentgranulat geformt werden.
2. Verfahren zum Herstellen eines zur alsbaldigen Auflösung in Wasser oder in
mindestens einer anderen dissoziierenden Flüssigkeit oder in solche enthalten-
den Flüssigkeitsgemischen unter Freigabe seiner Inhaltsstoffe unter der Wirkung
mindestens eines Dispergiermittels bestimmten Pigmentgranulates, **dadurch**
gekennzeichnet, dass die Inhaltsstoffe und das Dispergiermittel in Teilchenform
in einer Flüssigkeit im Wesentlichen homogen gemischt als Suspension vorliegen
und die Suspension einem Sprüh- oder Wirbelschichttrocknungsverfahren unter-
zogen wird, wobei die in dem Suspensionstropfen enthaltene Mischung aus In-
haltsstoffen und Dispergiermittel zu einem Granulat aggregieren.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet,** dass die Inhalts-
stoffe vor dem Mischen zumindest teilweise vorgranuliert werden.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet,** dass
die Teilchen des Dispergiermittels vor dem Mischen zumindest teilweise vorgra-
nuliert werden.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1, 3 oder 4, dadurch **gekennzeichnet**, dass das Pigmentgranulat durch Kompaktieren (mechanisches Verdichten) oder durch Aufbaugranulierung oder durch Kombinationen aus diesen Verfahren erzeugt wird.
- 5
6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Pigmentgranulat durch eine Kombination der Verfahren nach Anspruch 2 und 5 erzeugt wird.
- 10
7. Zur alsbaldigen Auflösung in Flüssigkeit unter Freigabe seiner Inhaltsstoffe bestimmtes Pigmentgranulat, welches in Teilchenform vorliegende Inhaltsstoffe, darunter mindestens ein Pigment, und mindestens ein Dispergiermittel umfasst, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Pigmentgranulat aus einer im wesentlichen homogenen Mischung der Inhaltsstoffe und des Dispergiermittels besteht und das Dispergiermittel mindestens ein teilchenförmiges cellulosehaltiges Material umfasst.
- 15
8. Pigmentgranulat nach Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Inhaltsstoffe vor dem Mischen eine Partikelgröße von 0,5 bis 10 000 µm, vorzugsweise eine Partikelgröße von 1 bis 2000 µm oder 10 bis 500 µm, aufweisen.
- 20
9. Pigmentgranulat nach Anspruch 7 oder 8, **dadurch gekennzeichnet**, dass das cellulosehaltige Material des Dispergiermittels vor dem Mischen eine Partikelgröße von 20 bis 2200 µm, vorzugsweise 25 bis 500 µm, aufweisen.
- 25
10. Pigmentgranulat nach einem der Ansprüche 7 bis 9, **dadurch gekennzeichnet**, dass, wenn das cellulosehaltige Material des Dispergiermittels vor dem Mischen vorgranuliert ist, das vorgranulierte cellulosehaltige Material eine Partikelgröße von 0,1 bis 6,0 mm, vorzugsweise 0,2 bis 1,0 mm, aufweist.

11. Pigmentgranulat nach einem der Ansprüche 7 bis 10, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Pigmentgranulat das cellulosehaltige Material in einem Gewichtsanteil von 0,5 bis 80 %, vorzugsweise von 1 bis 15 %; enthält.
- 5 12. Pigmentgranulat nach einem der Ansprüche 7 bis 11, **dadurch gekennzeichnet**, dass das cellulosehaltige Material eine Beschichtung mit verarbeitungsfördernden Hilfsmitteln wie Malto-Dextrin, CMC (Carboxy Methyl Cellulose), Gummi Arabicum, Dextrose, AgarAgar, Polyvinylalkohol (PVA), Kieselsäure oder Trikalziumphosphat aufweist.
- 10 13. Pigmentgranulat nach einem der Ansprüche 7 bis 12, **dadurch gekennzeichnet**, dass das cellulosehaltige Material aus Holz gewonnen ist.
- 15 14. Pigmentgranulat nach Anspruch 13, **dadurch gekennzeichnet**, dass das cellulosehaltige Material TMP (Thermo Mechanical Pulp) umfasst.
- 15 15. Pigmentgranulat nach Anspruch 13, **dadurch gekennzeichnet**, dass das cellulosehaltige Material CTMP (Chemo Thermo Mechanical Pulp) umfasst.
- 20 16. Pigmentgranulat nach einem der Ansprüche 7 bis 15, **dadurch gekennzeichnet**, dass das cellulosehaltige Material Cellulose umfasst.
- 25 17. Verwendung von Pigmentgranulat nach einem der Ansprüche 7 bis 16, **dadurch gekennzeichnet**, dass es im Wasser oder mindestens einer anderen dissoziierenden Flüssigkeit oder solche enthaltenden Flüssigkeitsgemischen unter Freigabe seiner Inhaltsstoffe redispersiert wird.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 03/13996

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 C09C3/04

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C09C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EP0-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
P, X	DE 102 11 427 A (RETENMAIER & SOEHNE GMBH & CO) 2 October 2003 (2003-10-02) paragraphs '0005! - '0031!; claims 1-12	1-17
X	GB 2 009 204 A (CIBA GEIGY AG) 13 June 1979 (1979-06-13) page 1, line 23 - page 3, line 5; claims 1-11; examples 12,18	1,7
A	DE 198 55 203 A (BAUER KURT HEINZ) 31 May 2000 (2000-05-31) page 2, line 1 - line 65 page 4, line 35 - line 45	1-17
A	DE 29 40 156 A (CIBA GEIGY AG) 17 April 1980 (1980-04-17) claims 1-8; examples 5,6,11,15	1,7
	----- -/--	



Further documents are listed in the continuation of box C.



Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *&* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

29 April 2004

Date of mailing of the international search report

10/05/2004

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Siebel, E

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inter ☐ nat Application No

PCT/EP 03/13996

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	<p>WO 98/40462 A (HERZOG STEFAN ; RETTENMAIER JOSEF OTTO (DE)) 17 September 1998 (1998-09-17) the whole document</p> <p>-----</p>	1-17

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 03/13996

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 10211427	A	02-10-2003	DE 10211427 A1	02-10-2003
			US 2003175400 A1	18-09-2003
GB 2009204	A	13-06-1979	CA 1122784 A1	04-05-1982
			CH 635862 A5	29-04-1983
			DE 2844710 A1	26-04-1979
			DK 457278 A ,B,	16-04-1979
			FR 2405983 A1	11-05-1979
			IT 1159934 B	04-03-1987
			JP 1430547 C	24-03-1988
			JP 54065731 A	26-05-1979
			JP 62039181 B	21-08-1987
			NL 7810333 A	18-04-1979
			US 4264552 A	28-04-1981
DE 19855203	A	31-05-2000	DE 19855203 A1	31-05-2000
			AT 252132 T	15-11-2003
			DE 59907365 D1	20-11-2003
			DK 1006148 T3	23-02-2004
			EP 1006148 A1	07-06-2000
DE 2940156	A	17-04-1980	CA 1154635 A1	04-10-1983
			CH 643875 A5	29-06-1984
			DE 2940156 A1	17-04-1980
			DK 419979 A ,B,	07-04-1980
			GB 2036057 A ,B	25-06-1980
			IT 1125449 B	14-05-1986
			JP 55054355 A	21-04-1980
			NL 7907417 A	09-04-1980
			US 4277288 A	07-07-1981
WO 9840462	A	17-09-1998	DE 19709991 A1	17-09-1998
			AT 205875 T	15-10-2001
			WO 9840462 A1	17-09-1998
			DE 59801528 D1	25-10-2001
			DK 970181 T3	28-01-2002
			EP 0970181 A1	12-01-2000
			ES 2165155 T3	01-03-2002
			PT 970181 T	28-12-2001

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 03/13996

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 C09C3/04

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 7 C09C

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EP0-Internal

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
P, X	DE 102 11 427 A (RETENMAIER & SOEHNE GMBH & CO) 2. Oktober 2003 (2003-10-02) Absätze '0005! - '0031!; Ansprüche 1-12	1-17
X	GB 2 009 204 A (CIBA GEIGY AG) 13. Juni 1979 (1979-06-13) Seite 1, Zeile 23 - Seite 3, Zeile 5; Ansprüche 1-11; Beispiele 12,18	1,7
A	DE 198 55 203 A (BAUER KURT HEINZ) 31. Mai 2000 (2000-05-31) Seite 2, Zeile 1 - Zeile 65 Seite 4, Zeile 35 - Zeile 45	1-17
A	DE 29 40 156 A (CIBA GEIGY AG) 17. April 1980 (1980-04-17) Ansprüche 1-8; Beispiele 5,6,11,15	1,7

☒ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

* A* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

* E* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

* L* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

* O* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

* P* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

* T* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

* X* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden

* Y* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

* &* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

29. April 2004

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

10/05/2004

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Siebel, E

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 03/13996

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	<p>WO 98/40462 A (HERZOG STEFAN ; RETTENMAIER JOSEF OTTO (DE)) 17. September 1998 (1998-09-17) das ganze Dokument</p> <p>-----</p>	1-17

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 03/13996

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
DE 10211427	A	02-10-2003	DE 10211427 A1	02-10-2003
			US 2003175400 A1	18-09-2003
GB 2009204	A	13-06-1979	CA 1122784 A1	04-05-1982
			CH 635862 A5	29-04-1983
			DE 2844710 A1	26-04-1979
			DK 457278 A ,B,	16-04-1979
			FR 2405983 A1	11-05-1979
			IT 1159934 B	04-03-1987
			JP 1430547 C	24-03-1988
			JP 54065731 A	26-05-1979
			JP 62039181 B	21-08-1987
			NL 7810333 A	18-04-1979
			US 4264552 A	28-04-1981
DE 19855203	A	31-05-2000	DE 19855203 A1	31-05-2000
			AT 252132 T	15-11-2003
			DE 59907365 D1	20-11-2003
			DK 1006148 T3	23-02-2004
			EP 1006148 A1	07-06-2000
DE 2940156	A	17-04-1980	CA 1154635 A1	04-10-1983
			CH 643875 A5	29-06-1984
			DE 2940156 A1	17-04-1980
			DK 419979 A ,B,	07-04-1980
			GB 2036057 A ,B	25-06-1980
			IT 1125449 B	14-05-1986
			JP 55054355 A	21-04-1980
			NL 7907417 A	09-04-1980
			US 4277288 A	07-07-1981
WO 9840462	A	17-09-1998	DE 19709991 A1	17-09-1998
			AT 205875 T	15-10-2001
			WO 9840462 A1	17-09-1998
			DE 59801528 D1	25-10-2001
			DK 970181 T3	28-01-2002
			EP 0970181 A1	12-01-2000
			ES 2165155 T3	01-03-2002
			PT 970181 T	28-12-2001